

NKK

Laid-Open Patent No.: 5-310495 (11/22/93)

Patent Application No.: 4-134411 (4/28/92)

Applicant: NKK

Inventors: I SHII, Shinji

OMURA, Masaki

NAKAHAMA, Yasumitsu

[Title of the Invention]

Process for silicon single crystal and manufacturing apparatus therefor

[Scope of the Claims]

[Claim 1]

A process for continuously drawing silicon single crystal, in which:

a rotatable quartz crucible containing fused silicon liquid is divided concentrically towards the center, using a plurality of partition members having through holes that cause said fused silicon liquid to flow through in one direction, into a raw material feeding zone, a fused liquid residence zone, and a crystal growth zone; and

the raw material is fed continuously in said raw material feeding zone and the fused silicon liquid, melted by a heating apparatus, resides for a prescribed residence period in said fused liquid residence zone, after which the fused silicon liquid is introduced via said through holes into the crystal growth zone, and silicon single crystal is drawn continuously in said crystal growth zone;

characterized by the prescribed residence period of the fused silicon liquid in said fused liquid residence zone being 10 minutes or more and preferably 1 hour or more.

[Claim 2]

A process for silicon single crystal described in Claim 1, characterized by said plurality of partition members comprise an outer partition member having an ID [sic, inner radius?] r_o and an inner partition member having an ID [sic] r_i , and in the relationship between the ID [sic] r_c of the quartz crucible and the radius r_s of the drawn silicon single crystal, the members are arranged such that they fall within the range of the following conditions:

$$1) \frac{1}{4} (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

and

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

where $\alpha \geq 1/2 r_s$

and

3) substantially $(r_c - r_o) \geq 1$ inch

[Claim 3]

A process for silicon single crystal described in Claim 1, characterized by said plurality of partition members comprise an outer partition member having an ID [sic] r_o and an inner partition member having an ID [sic] r_i , and in the relationship between the ID [sic] r_c of the quartz crucible and the radius r_s of the drawn silicon single crystal, the members are arranged such that they fall within the range of the following conditions:

1) $(r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$

and

2) $r_i > r_s + \alpha$

where $\alpha \geq 1/2 r_s$

and

3) substantially $(r_c - r_o) \geq 1$ inch

[Claim 4]

A process for silicon single crystal described in Claim 1 in which, if in the outermost partition member of said plurality of partition members it is given that,

a circle having an area equivalent to the total area A_o of the through holes arranged on said member has an equivalent diameter d_o ;

the volume of fused liquid V grown into single crystal in a unit of time divided by said total area A_o is the equivalent through hole flow rate u_o ;

the fused liquid rotation speed at the ID [sic] r_o of said outermost partition member induced by the number of rotations n_c of said quartz crucible is u_y ;

and the terminal velocity of $10 \mu\text{m}$ air voids rising in the fused silicon liquid is u_b ;

then said equivalent through hole flow rate u_o is selected so that the relationship of the above is as follows:

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi d_o^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

[Claim 5]

A process for silicon single crystal described in Claim 1 in which, if in the innermost partition member of said plurality of partition members it is given that,

a circle having an area equivalent to the total area A_i of the through holes arranged on said member has an equivalent diameter d_i ;

the volume of fused liquid V grown into single crystal in a unit of time

divided by said total area A_i is the equivalent through hole flow rate u_i ; if the clockwise rotation direction as seen from above of the fused liquid in contact with the inner side of said innermost partition member is assumed to be positive, the absolute value of the difference between the product of the inner radius r_i of said partition member and the number of rotations n_c of the quartz crucible $r_i \times n_c$ and the product of the radius r_s of the single crystal and the number of rotations n_s of the single crystal $r_s \times n_c$ [sic, should be n_s] is the fused liquid rotation speed u_k of the single crystal growth zone;

and the terminal velocity of 10 μm air voids rising in the fused silicon liquid is u_b ;

then said equivalent through hole flow rate u_o is selected so that the relationship of the above is as follows:

$$100 \cdot u_b \leq V/(\pi d_o^2/4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

[Claim 6]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal having:

a rotatable quartz crucible containing fused silicon liquid;

a plurality of partition members that concentrically divide the interior of said quartz crucible in three locations or more and having through holes allowing the fused silicon liquid to flow toward the center in one direction;

a raw material feeding apparatus that continuously feeds the raw material in the outermost zone of the divided quartz crucible; and

a drawing apparatus that continuously draws silicon single crystal from the fused silicon liquid in the innermost zone of the divided quartz crucible; characterized by configuring a fused liquid residence zone, between the outermost zone and the innermost zone of said divided quartz crucible, marked out by the outermost partition member and the innermost partition member, and by placing through holes on said outermost partition member and said innermost partition member such that the residence period of the fused silicon liquid in said fused liquid residence zone is 10 minutes or more, preferably 1 hour or more.

[Claim 7]

A process [sic, should be "an apparatus"] for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by said outermost partition member and the innermost partition member are each placed in a condition that satisfies the following conditions:

- 1) $1/4 (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$
and

2) $r_i > r_s + \alpha$

where $\alpha \geq 1/2 r_s$

and

3) substantially $(r_c - r_o) \geq 1$ inch

where r_s : radius of drawn silicon single crystal [cm]

r_c : inner radius of quartz crucible [cm]

r_o : inner radius of outermost partition member [cm]

r_i : inner radius of innermost partition member [cm]

[Claim 8]

A process [sic, should be “an apparatus”] for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by said outermost partition member and the innermost partition member are each placed in a condition that satisfies the following conditions:

1) $(r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$

and

2) $r_i > r_s + \alpha$

where $\alpha \geq 1/2 r_s$

and

3) substantially $(r_c - r_o) \geq 1$ inch

where r_s : radius of drawn silicon single crystal [cm]

r_c : inner radius of quartz crucible [cm]

r_o : inner radius of outermost partition member [cm]

r_i : inner radius of innermost partition member [cm]

[Claim 9]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by the diameter d_A of the through holes placed on said outermost partition member is of a dimension satisfying the following:

$$100 \cdot u_b \leq V/(n\pi d_A^2/4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

where d_A : diameter of through holes placed on the outermost partition member [cm]

u_b : terminal rising velocity of 10 μm OD air voids rising in the fused silicon liquid [cm/sec]

V : volume of fused liquid grown into single crystal in a unit of time [cm^3/sec]

n : number of through holes on the outermost partition member

u_y : fused liquid rotation speed, which is the product of the inner radius r_o of the outermost partition member and number of rotations n_c per unit of time of the quartz crucible [cm/sec]

[Claim 10]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by the diameter d_B of the through holes placed on said innermost partition member is of a dimension satisfying the following:

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi n d_B^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_y$$

where d_B : diameter of through holes placed on the innermost partition member [cm]

n : number of through holes on the innermost partition member

u_b : terminal rising velocity of 10 μm OD air voids rising in the fused silicon liquid [cm/sec]

V : volume of fused liquid grown into single crystal in a unit of time [cm^3/sec]

u_k : crystal growth zone maximum rotation speed, which is the difference between the product of the inner radius r_i of said partition member and the number of rotations n_c of the quartz crucible $r_i \cdot n_c$ and the product of the radius r_s of the single crystal and the number of rotations n_s of the single crystal $r_s \cdot n_s$, expressed as an absolute value [cm/sec].

[Claim 11]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by the through holes of said innermost particle member are placed in positions where a portion of the fused silicon liquid flowing through said through holes forms a free surface of fused silicon liquid.

[Claim 12]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by the minimum angle α of the through holes placed on said outermost partition member and the through holes placed on the innermost partition member as seen from the central rotation axis of the quartz crucible is $90^\circ < \alpha \leq 180^\circ$.

[Claim 13]

An apparatus for manufacturing silicon single crystal described in Claim 6, characterized by the minimum angle α of the through holes placed on said outermost partition member and the through holes placed on the innermost partition member as seen from the central rotation axis of the quartz crucible is $120^\circ < \alpha \leq 180^\circ$.

特開平5-310495

(43)公開日 平成5年(1993)11月22日

(51)Int.Cl.⁵C 30 B 15/02
15/12
15/20

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数13(全 18 頁)

(21)出願番号

特願平4-134411

(22)出願日

平成4年(1992)4月28日

(71)出願人 000004123

日本钢管株式会社

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号

(72)発明者 石井 伸治

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本钢管株式会社内

(72)発明者 大村 雅紀

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本钢管株式会社内

(72)発明者 中濱 泰光

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本钢管株式会社内

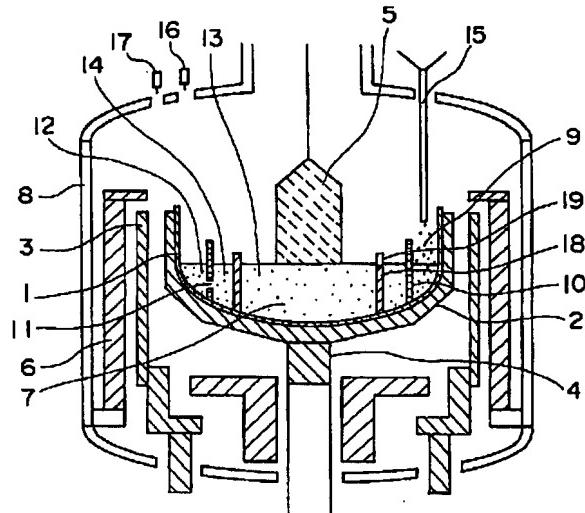
(74)代理人 弁理士 佐々木 宗治 (外3名)

(54)【発明の名称】シリコン単結晶の製造方法および製造装置

(57)【要約】

【目的】シリコン融液中の気泡による表面微小欠陥を防止し、高集積度IC用のシリコン単結晶を安定的製作する。

【構成】連続原料供給方式のシリコン単結晶製造方法及び製造装置において少くとも2個の仕切り部材をもうけ、最外側仕切り部材と最内側仕切り部材間の融液滞留域において、融液を10分以上、好ましくは1時間以上滞留させることにより表面微小欠陥個数を0~2個/ウェーハに削減した。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコン融液を収容している回転する石英るつぼ内を、該シリコン融液が一方向に貫流する流通孔を有する複数の仕切り部材により、中心に向かって同心状に原料供給域、融液滞留域及び結晶育成域に分割し、該原料供給域において、連続的に原料を供給し、加熱装置により溶融されたシリコン融液を該融液滞留域に所定滞留時間滞留せしめた後、前記流通孔を介して該結晶育成域に導入し、該結晶育成域において連続的にシリコン単結晶を引上げ製造する方法において、

前記融液滞留域におけるシリコン融液の所定滞留時間が10分間以上好ましくは1時間以上であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 前記複数の仕切り部材が、内径 r_o なる外仕切り部材と内径 r_i なる内仕切り部材よりなり、石英るつぼ内径 r_c と、引上げられるシリコン単結晶の半径 r_s の関係において、

$$1) \frac{1}{4} (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

および

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

3) 実質的に $r_c - r_o \geq 1 \text{ inch}$

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi d_o^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

であるように、前記連通孔通過相当速度 u_y が選ばれることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項5】 前記複数の仕切り部材の最内側仕切り部材において、該部材に配設された連通孔の合計面積 A_1 に相当する面積をもつ円の相当直径 d_1 、単位時間に単結晶育成化される融液量Vを前記合計面積 A_1 で割った連通孔通過相当速度 u_1 、該最内側仕切り部材の内側に

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi d_1^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

であるように、前記連通孔通過相当速度 u_k が選ばれることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項6】 シリコン融液を収容している回転する石英るつぼと、該石英るつぼ内を同心状に3ヶ所以上に分割し、且つシリコン融液が中心に向かって一方向に貫流する連通孔を配設した複数の仕切り部材と、分割された石英るつぼの最外域において、原料を連続的に供給する原料供給装置と、石英るつぼの外側に配設された加熱装置と、分割された石英るつぼの最内域においてシリコン融液よりシリコン単結晶を連続的に引上げる引上げ装置とを有するシリコン単結晶の製造装置において、前記分割された石英るつぼの最外域と最内域の間に、最外側仕切り部材と最内側仕切り部材により区画された融液滞留域を構成し、該最外側仕切り部材及び最内側仕切り部材には前記融液滞留域におけるシリコン融液の滞留時間が10分間以上好ましくは1時間以上になるごとき連通孔を配設したことを特徴とするシリコン単結晶の製造装

の条件を満足する範囲において各配設されていることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 前記複数の仕切り部材が、内径 r_o なる外仕切り部材と内径 r_i なる内仕切り部材よりなり、石英るつぼ内径 r_c と、引上げられるシリコン単結晶の半径 r_s の関係において、

$$1) (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

および

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

3) 実質的に $r_c - r_o \geq 1 \text{ inch}$

の条件を満足する範囲において各配設されていることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 前記複数の仕切り部材の最外側仕切り部材において、該部材に配設された連通孔の合計面積 A_1 に相当する面積をもつ円の相当直径 d_1 、単位時間に単結晶育成化される融液量Vを前記合計面積 A_1 で割った連通孔通過相当速度 u_y 、前記石英るつぼの回転数 n_c により惹起される該最外側仕切り部材の内径 r_o における融液回転速度 u_y およびシリコン融液中を上昇する $10 \mu\text{m}$ の気泡の終末速度 u_b として、それらの関係が

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi d_o^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

接する融液の、その上方よりみた時計廻り回転方向を正とした場合、該仕切り部材の内半径 r_i と石英るつぼの回転数 n_c との積 $r_i \times n_c$ と単結晶の半径 r_s と単結晶の回転数 n_s との積 $r_s \times n_s$ との差の絶対値である単結晶育成部融液回転速度 u_k 、およびシリコン融液中を上昇する $10 \mu\text{m}$ の気泡の終末速度 u_b として、それらの関係が

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi d_1^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

置。

【請求項7】 前記最外側仕切り部材及び最内側仕切り部材が、

$$1) \frac{1}{4} (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

3) 実質的に $r_c - r_o \geq 1 \text{ inch}$

但し、 r_s ：引上げられるシリコン単結晶の半径 [cm]

r_o ：石英るつぼ内半径 [cm]

r_i ：最外側仕切り部材の内半径 [cm]

なる条件を満足する条件で各配設されていることを特徴とする請求項6記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項8】 前記最外側仕切り部材及び最内側仕切り部材が、

$$1) (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

3) 実質的に $r_c - r_o \geq 1 \text{ inch}$

但し、 r_s : 引上げられるシリコン単結晶の半径 [cm]

r_c : 石英るつぼ内半径 [cm]

r_o : 最外側仕切り部材の内半径 [cm]

$$100 \cdot u_b \leq V / (n \pi d_A^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

但し d_A : 最外側仕切り部材に配設された連通孔直径 [cm]

u_b : シリコン融液中を上昇する $\phi 10 \mu\text{m}$ の気泡の終末上昇速度 [cm/sec]

V : 単位時間に単結晶育成される融液量 [cm^3/sec]

n : 最外側仕切り部材の連通孔の数

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi n d_B^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

但し d_B : 最内側仕切り部材に配設された連通孔直径 [cm]

n : 最内側仕切り部材に配設された連通孔の数

u_b : シリコン融液中を上昇する $\phi 10 \mu\text{m}$ の気泡の終末上昇速度 [cm/sec]

V : 単位時間に単結晶育成される融液量 [cm^3/sec]

u_k : 最内側仕切り部材の内半径 r_i と石英るつぼの単位時間当りの回転数 n_c との積 $r_i \cdot n_c$ と単結晶の半径 r_s と単結晶の単位時間当りの回転数 n_s との積 $r_s \cdot n_s$ との差の絶対値で表わした結晶育成域最大回転速度 [cm/sec]

なる条件を満足する寸法であることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項 11】 前記最内側仕切り部材の連通孔が、該連通孔を貢流するシリコン融液の一部が、シリコン融液の自由表面を形成する位置に配設されていることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項 12】 前記最外側仕切り部材に配設された連通孔と最内側仕切り部材に配設された連通孔とが、その石英るつぼの中心回転軸からの見込む最小角度 α が $90^\circ < \alpha \leq 180^\circ$ であることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項 13】 前記最外側仕切り部材に配設された連通孔と最内側仕切り部材に配設された連通孔とが、その石英るつぼの中心回転軸からの見込む最小角度 α が $120^\circ < \alpha \leq 180^\circ$ であることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、粒状ポリシリコン原料をシリコン融液内に連続的に供給しながら比較的大直径のシリコン単結晶を製造する製造方法及び製造装置に関するものである。

【0002】

r_i : 最内側仕切り部材の外半径 [cm]

なる条件を満足する条件で各配設されていることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 9】 前記最外側仕切り部材に配設された連通孔の直径 d_A が

$$100 \cdot u_b \leq V / (n \pi d_A^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

u_y : 最外側仕切り部材の内半径 r_o と石英るつぼの単位時間当りの回転数 n_c との積である融液回転速度 [cm/sec]

なる条件を満足する寸法であることを特徴とする請求項 6 記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項 10】 前記最内側仕切り部材に配設された連通孔の直径 d_B が

$$100 \cdot u_b \leq V / (\pi n d_B^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

【従来の技術】 原料を連続的に供給しながら単結晶を引き上げる連続チョクラルスキ法（以下、連続CZ法という）は、たとえば、特公昭40-10184号公報により開示されている。引上げられるシリコン単結晶の供給原料としては粒状ポリシリコンが高純度化の進展に伴い多用されるようになってきた。しかし連続CZ法では、原料を安定的に融解しながら、その一方で融液から結晶を凝固し安定した引上げをすることについては、いまだ解決すべき多くの問題がある。従って、単結晶の安定引き上げに関する特許、たとえば、原料供給の観点からフリーズを起こさないような装置の特許（たとえば、特開平3-88791など）が開示されている。これらの特許は、単結晶の安定引き上げに関するもので、結晶育成部と原料溶解部とからなる基本構成を開示している。さらに、結晶の安定引き上げのために、仕切りを複数個設ける発明が、たとえば、特開昭57-183392、実開昭60-37073、特開平1-294588、特開平1-148784、平3-199192などで、開示されている。しかしながら、これらの特許では、本特許で問題とする単結晶の品質、すなわち、粒状ポリシリコンを用いて連続CZ法により引き上げた単結晶の以後に述べる高度の品質について触れていない。

【0003】一方、シリコン単結晶の品質とくにウエーハ表面に見られる内質的な欠陥として、降屋らの検討によるSC1（アンモニア過水）洗浄後のパーティクルとして検出される微小ピットが、第37回応用物理関係連合講演会講演予講集29p-R-15および16に開示されている。しかし、これはバッチ式のCZ法により引き上げられた結晶に関するものであり、粒状ポリシリコンを用いて連続CZ法により引き上げた単結晶の品質についてではない。

【0004】従来からシリコン融液中の気泡については、それが融液中を滞留しながら結晶まで達した時に、シリコン単結晶の転位の原因となる事実、またシリコン単結晶の中で $100 \mu\text{m}$ オーダーから $1000 \mu\text{m}$ オー

ダの空洞として存在することがある事実として知られていた。しかしながら従来論じられていた気泡はその検出の度合から $100\mu m$ オーダ、 $1000\mu m$ オーダ程度のものであり、これらは前記引例における工夫によつて、その排除にかなりの効果を期待し得ていた。例えば、特開昭57-183392号、実開昭60-37073号および特開平1-148784号などにみられるように、仕切り部材の底部に開口部しかも比較的大きな開口部が配設されており、これを介して融液中の気泡排出が図られていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】粒状ポリシリコンを用いた連続CZ法により製作されたシリコン単結晶のシリコンウエーハ表面に、図9に示すような表面微小凹凸物を本発明者は見つけた。この表面微小凹凸物は $1 \sim 10\mu m$ 程度の大きさと深さを有する。粒状ポリシリコンを供給しながらシリコン単結晶を従来の方法および装置で製造すると、ウエーハ面内に、この表面微小欠陥が 10 個程度存在することを発見した。ICの高集積化に伴いウエーハミラー一面の品質仕様は極めて厳しくなっており、ミクロンオーダーの欠陥は、ウエーハミラー面内で望ましくは 0 個、測定装置の能力を勘案すると、 $0 \sim 2$ 個であることが要求される。したがって、粒状ポリシリコンを用い、従来の製造方法および装置からなる連続CZ法によるシリコン単結晶は、IC製造用のウエーハとしての要求を満足しないことになる。

【0006】本発明者らは、前記の表面を詳細に調べ、表面微小欠陥が、ミラ一面だけでなく、劈開面にも存在し、結晶の内質的に存在していることを見い出した。この表面微小欠陥は、単結晶中での、その存在状態から融液中の気泡が入り込んだものであることを示している。したがって、ICの高集積化に伴い粒状ポリシリコンを供給することにより生じた融液中の気泡を極限的に除去して、表面微小欠陥をなくすことがプロセスの面で必要となってきた。この融液中の気泡は、主として粒状原料を供給することにより生ずるものであり、さらに言及すると、粒状原料の粒内部の空隙および粒表面の凹凸に含まれる気体によるものである。この点から融液中の気泡を低減する直接的手段は、粒内部の空隙および粒表面の凹凸を低減することであるが、この低減対策は、粒状原料の製造および処理コストを上昇することになる。

【0007】従来、シリコン融液内に内封されている気泡が、シリコン単結晶の育成時にシリコン単結晶内に取り込まれ、シリコン単結晶インゴット内部の空洞として現われることは広く知られていた。しかしながら、これ

$$100u_b \leq V / (n \pi d_A^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

なる条件を満足する寸法とすることにより、また、最内

$$100u_b \leq V / (n \pi d_B^2 / 4) \leq (1/200) \cdot u_k$$

なる条件を満足する寸法とすることにより、更にまた、最内側仕切り部材の連通孔を、該連通孔を貫流するシリ

ら気泡乃至シリコン単結晶インゴット内部の空洞については $100\mu m$ オーダ強いては $1000\mu m$ オーダのもので、比較的に目視にても確認可能な大きさのものであった。従って、前述の引例にても明らかのように、比較的単純な手法でこれらを除去することも可能であった。

【0008】一方本発明者は、その検出手段の検出感度を上げ、シリコンウエーハ内の気泡による $1\mu m$ 乃至 $10\mu m$ 程度の表面微小欠陥の存在を発見し、しかもこれら欠陥が集積度を極めてアップされた近年の高集積度ICにおいては大きく、その品質に影響をもたらすことを見出した。

【0009】しかしながら、この $1\mu m$ 乃至 $10\mu m$ 程度の気泡をシリコン融液内より排除することは従来技術では極めて困難なことであることを確認した。本発明の目的は、この $1\mu m$ 乃至 $10\mu m$ 程度の表面微小欠陥を生ずる微小気泡をシリコン融液中より十分に排除する具体的な内容を提案するものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するためには、シリコン融液を収容している回転する石英るっぽ内を、該シリコン融液が一方向に貫流する流通孔を有する複数の仕切り部材により、中心に向かって同心状に原料供給域、融液滞留域及び結晶育成域に分割し、該原料供給域において、連続的に原料を供給し、加熱装置により溶融されたシリコン融液を該融液滞留域に所定滞留時間滞留せしめた後、前記流通孔を介して該結晶育成域に導入し、該結晶育成域において連続的にシリコン単結晶を引上げ、前記融液滞留域におけるシリコン融液の所定滞留時間を 10 分間以上好ましくは 1 時間以上に保つことにより、また、前記複数の仕切り部材が、内径 r_o なる外仕切り部材と内径 r_i なる内仕切り部材よりなり、石英るっぽ内径 r_s と、引上げられるシリコン単結晶の半径 r_s の関係において、

$$1) \frac{1}{4} (r_o - r_i) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s \\ \text{好ましくは}$$

$$(r_o - r_i) \leq (r_o - r_i) \leq 2 \cdot r_s$$

および

$$2) r_i > r_s + \alpha$$

但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

$$3) \text{実質的に } r_o - r_i \geq 1 \text{ inch}$$

の条件を満足する範囲において各配設することにより解決しようとするものである。

【0011】更に最外側仕切り部材に配設された連通孔の直径 d_A を

$$100u_b \leq V / (n \pi d_A^2 / 4) \leq (1/100) \cdot u_y$$

側仕切り部材に配設された連通孔の直径 d_B を

$$\leq (1/200) \cdot u_k$$

シリコン融液の一部が、シリコン融液の自由表面を形成する位置に配設することにより解決せんとするものである。

なほ、シリコン単結晶の長尺ものを製造する場合に問題となるフリージングの対策として原料供給域、仕切り部材などの上部を覆う保温カバーを併用することはもちろん可能である。

【0012】

【作用】融液中の気泡はその密度差により浮上し、いずれは自由表面より抜ける。ただし、微小な気泡のため上昇速度は静止流体中、 $10 \mu\text{m}$ の気泡で $1\text{cm}/\text{min}$ 、 $2\mu\text{m}$ の気泡で $0.1\text{cm}/\text{min}$ 程度であるため、融液深さ 10cm の場合、それぞれ、 10min 、 100min を要することになる。したがって、本発明者は、気泡を融液から除去するために、融液に滞留時間を十分に与えるよう作用せしめるものである。以下、実施例にもとづきこれを詳細説明する。

【0013】

【実施例】図1は本発明における1実施例を模式的に示したもので仕切り部材が2重の場合である。図1において1は石英るつぼで、黒鉛るつぼ2の中にセットされており、黒鉛るつぼ2はペディスタル4上に回転可能に支持されている。3は黒鉛るつぼ2を取り囲むヒータ、6はこのヒータを取り囲むホットゾーン断熱材で、このヒータにより融溶されたシリコン融液7よりシリコン単結晶5が引き上げられる。

【0014】石英るつぼ1内にはシリコン融液を貢流するための連通孔11を配設され、その下端部が石英るつぼ1の底面に固着された外側仕切り部材10と、更にその内周側に同じく、連通孔19を配設した内側仕切り部材18が石英るつぼ1の底面に固着されている。この外側仕切り部材10と内側仕切り部材18は石英るつぼ1と同心状に配置されている。これらはチャンバ8内に収容されている。

【0015】15はシリコン原料供給装置で粒状ポリシリコン9を連続的に石英るつぼ内へ供給する。16、17は各温度検出器、12は原料供給域、13は結晶育成域及び14は融液滞留域を示している。

【0016】石英るつぼ1はペディスタル4を中心に単位回転数 n_1 にて回転しており、シリコン単結晶は単位回転数 n_2 にて前記石英るつぼ1の単位回転数 n_1 の回転方向と逆の回転方向に回転している。また、外側仕切り部材10と内側仕切り部材18により石英るつぼ1内は、同心状に外側から原料供給域12、結晶育成域14および融液滞留域13に分割されている。以下、本発明者の実験にもとづく具体的な実施例により詳説する。

【0017】(実施例1) 石英るつぼに仕切り部材をひとつ入れた構成と、石英るつぼの中に外側仕切り部材と内側仕切り部材を入れた構成と、石英るつぼ内に外側仕切り部材・中側仕切り部材・内側仕切り部材の3個の仕切り部材を入れた構成とで単結晶を引き上げ比較した。石英るつぼ・仕切り部材・単結晶の直径の寸法と融液滞留域の体積、融液滞留域の滞留時間の代表例を表1に示す。なお、仕切り部材1個の場合は外側仕切り部材の欄に、仕切り部材2個の場合は外側仕切り部材と内側仕切り部材の欄に寸法を示している。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いている。引き上げたシリコン単結晶を、結晶のショルダーからテイル側 100mm のところで連続してスライスし、ウエーハをつくった。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査した。それぞれの条件の場合で引き上げたとき、表面微小欠陥の個数は表1の右欄に示すとおりである。

【0018】

【表1】

表1 石英るっぽ・仕切り部材・結晶の直径と表面微小欠陥の個数

石英 るっぽ の直 径 $2r_c$ [inch]	仕切り部材の直径			融液滞留域			単結晶			融液滞留 時間 [min]	表面微小 欠陥個数 (平均) [個数/ウエーハ]
	外側 $2r_o$ [inch]	中側 $2r_a$ [inch]	内側 $2r_i$ [inch]	自由表面積 [cm ²]	融液平均深さ V [cm]	体積 [cm ³]	直 径 $2r_s$ [inch]	引 上げ 速度 [mm/min]	固 化 す る 融液流量 [cm ³ /min]		
20	16	-	-	0	-	0	6	1.0	19.0	0	14.3
"	"	-	-	0	-	0	6	0.7	13.3	0	8.5
"	"	-	-	0	-	0	8	0.6	20.0	0	22.6
"	"	-	14	240.9	5	1205	6	1.0	19.0	63.5	1.5
"	"	-	"	"	"	1205	6	0.7	13.3	90.8	1.1
"	"	-	"	"	"	1205	8	0.6	20.0	60.1	1.9
"	"	-	12	504.5	"	2522	6	1.0	19.0	132.9	0.8
"	"	-	14	"	"	2522	6	1.0	19.0	132.9	0.6
"	"	14	-	-	0	0	6	1.0	19.0	0	18.0
"	"	14	-	13	81.7	5	409	6	1.0	19.0	21.5
"	"	12	-	12	203.4	"	1042	6	1.0	19.0	54.9
"	"	13	"	"	"	1042	6	1.0	19.0	54.9	2.0

【0019】図2は、融液滞留域の滞留時間に対する表面微小欠陥の個数を示したものである。融液滞留域の滞留時間が、10分を越えると表面微小欠陥の個数が低減を始め、ウェーハ面内の平均の個数で2個前後となり、高集積度IC用のウェーハの品質として問題のないレベルになっている。さらに、この滞留時間を長くすると表面微小欠陥の個数は減少し、1時間以上になると、その値は0.5以下となった。滞留時間10分で、表面微小欠陥の個数が減少するのは、融液滞留域で粒状ポリシリコンが、溶融したときに融液内に生じる気泡が、融液滞留域での滞留時間で、自由表面から抜けていくことを裏付

けている。

【0020】(実施例2) 外側仕切り部材と内側仕切り部材との間に構成された融液滞留域において滞留時間を永くするために、該外側仕切り部材に配設された連通孔と、該内側仕切り部材に配設された連通孔との間の石英るっぽの中心回転軸からの見込む最少角度 α を変化させ実験した。

【0021】石英るっぽの内に外側仕切り部材と内側仕切り部材を入れた構成で、単結晶を引き上げた。石英るっぽは20"、外側仕切り部材は16"、内側仕切り部材は14"及び12"で表2に示すとおりである。連通

連通孔の大きさφ10mm、個数 各1ヶ、表面かららの深さ 各30mm、見込み角度180° (一定)

孔の見込み角度は、図3に示すように、(a), (b), (c), (d)の4通りとした。連通孔の大きさは、総面積が、ほぼ等しくなるように、1個の場合は $\phi 10\text{ mm}$ 、2個の場合は $\phi 7\text{ mm}$ 、4個の場合は $\phi 5\text{ mm}$ とした。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いていた。

【0022】引き上げたシリコン単結晶を、結晶のショ

ルダーからテイル側へ100mmの位置で連続してスライスし、ウエーハを作った。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査した。それぞれの条件で引き上げたとき、表面微小欠陥の個数は、表2の右欄に示すとおりである。

【0023】

【表2】

表2 外側仕切り部材・内側仕切り部材連通孔の見込み角度と
表面微小欠陥の個数

石英 つるば	仕切り部材				見込み角度 [degree]	単結晶 直徑 [inch]	表面微小 欠陥個数 (平均) [個／ウエーハ]		
	外側		内側						
	内径 [inch]	直徑 [inch]	孔数 [個]	直徑 [inch]	孔数 [個]				
20	16	1	14	1	180	6	1.1		
"	"	1	14	1	180	8	1.9		
"	"	2	14	1	120	6	1.4		
"	"	1	14	2	120	6	1.7		
"	"	2	14	2	90	6	2.0		
"	"	2	14	2	90	8	3.2		
"	"	4	14	4	45	6	7.2		
"	"	4	14	4	45	8	9.3		
"	"	1	12	1	180	6	0.8		
"	"	2	12	2	90	6	1.8		
"	"	4	12	4	45	6	4.2		

連通孔の大きさ $\phi 10\text{ mm}$ 、連通孔の融液表面からの深さ30mm (一定)

【0024】この実験の結果をグラフで表わしたもののが図4である。この結果、見込み角度45°では、表面微小欠陥の個数は、面内2個以下の合格レベルに達していない。見込み角度90°、120°では、面内の個数が減少し、合格すると2個以下のレベルといえる。さらに、180°では、滞留時間1時間以上の場合、表面微小欠陥の個数が十分に低減している。以上より、見込み角度θは、90°以上であり、望ましくは、120°以上180°以下であることが、表面微小欠陥が、2個以下となるために必要であることがわかった。見込み角度の差異により、個数に差が生じたのは、次のように説明される。即ち見込み角度によらず、平均の融液滞留時間は一定であるから、ピストンフローが実現していれば、融液中の気泡が抜ける時間は確保されることになると考えられる。

【0025】ところが、連通孔の個数が多い場合、流れが乱れたり、連通孔が一部詰まつたりして、経路が変わり、ピストンフローが成立せず、気泡が融液滞留域の中で、ショートパスすることが起き、結晶育成域の中に気

泡が混入し、表面微小欠陥の個数が増加していると考えられる。それに対して、見込み角度が90°以上、とくに120°以上180°以下においては、流れが乱されることなく、原料供給域から、融液滞留域を経て、結晶育成域へ達するため、その間に気泡が融液から抜けるものと考えられる。

【0026】(実施例3) 本実施例では石英るつぼ内における外側仕切り部材と内側仕切り部材との間で構成される融液滞留域の相対的大きさによる影響を調べた。石英るつぼと外側仕切り部材・内側仕切り部材の寸法は、表3のとおりである。なお、仕切り部材を一つ入れた場合は、外側仕切り部材と内側仕切り部材の寸法を同一として示している。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いた。引き上げたシリコン単結晶を、結晶のショルダーからテイル側へ100mmの位置で連続してスライスし、ウエーハを作った。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査した。それぞれの場合で引き上げたとき、表面微小欠陥の個数は、表3の右欄に示す結果となつた。

表3 石英るつぼ・仕切り部材・結晶の直径と表面微小欠陥の個数

石英 るつぼ 外 径 $2r_c$ [inch]	仕切り部材		単結晶 直 径 r_s	原料供給域 $r_c - r_o$ [inch]	$(1/4) * (r_c - r_o)$ [inch]	結晶育成域 $r_i - r_o$ [inch]	表面微小 欠陥個数 [個数/ウ エーハ]
	外 側 $2r_o$ [inch]	内 側 $2r_i$ [inch]					
20	18	10	5	1	0.25	4	0.8
"	16	14	6	2	0.5	1	0.5
"	16	12	6	2	0.5	2	0.2
"	12	10	5	4	1	1	1.7
"	14	14	6	3	0.75	0	10.4
"	16	16	8	2	0.5	0	18.3
24	22	10	5	1	0.25	8	2.3
"	22	14	6	1	0.25	4	1.7
"	20	16	8	2	0.5	2	0.8
"	18	14	6	3	0.75	2	1.7
"	14	12	6	5	1.25	1	3.7
"	16	16	6	4	1	0	7.5
"	18	18	8	3	0.75	0	13.2

連通孔の大きさ $\phi 10\text{mm}$ 、連通孔の個数 各1ヶ、連通孔の表面からの深さ30mm、連通孔の見込み角度180° (一定)

【0028】横軸に $r_o - r_i$ をとり、縦軸に $r_c - r_o$ をとって、どの組み合わせで合格となるかを調べた。表面微小欠陥の個数がウエーハ面内で、2個以下のものは合格、2個以上のものは不合格とし、表3の結果を図3に示す。ウエーハ面内平均の表面微小欠陥の個数が合格となるのは、

$1/4 * (r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 * r_s$ の範囲である。さらに、

$(r_c - r_o) \leq (r_o - r_i) \leq 2 * r_s$ の範囲では、ウエーハ面内平均の表面微小欠陥の個数が少なく良好である。この場合、附加的条件として

$r_i > r_s + \alpha$ 但し $\alpha \geq 1/2 r_s$

また、通常の20" 直径の石英るつぼにおいては、 $r_c - r_o \geq 1\text{ inch}$ なることが必要である。

【0029】以上の結果は、外側仕切り部材と内側仕切り部材を設けることが、单一の仕切り部材を用いた場合に比べて、ウエーハ面内の表面微小欠陥を低減することに効果があり、しかも、外側仕切り部材と内側仕切り部材間の寸法 $r_c - r_i$ が大きい方が、面内個数が低減することがわかった。このことは、粒状ポリシリコンから融液に入った気泡が、外側仕切り部材と内側仕切り部材

の間の自由表面において十分排出していることを示している。ただし、 $r_c - r_i$ を大きくとりすぎると表面微小欠陥の個数が増大する。これは、内仕切りの直径が、単結晶の直径に近づき、内側仕切り部材内部で気泡が抜け作用が減少し、その結果、単結晶の中に気泡が取り込まれていることを示している。

【0030】(実施例4) 外側仕切り部材と内側仕切り部材のうちの外側仕切り部材の連通孔による影響を測定した。石英るつぼと外側仕切り部材・内側仕切り部材の寸法は、表4のとおりである。外側仕切り部材の連通孔の直径 [mm] を $\phi 3, \phi 5, \phi 10, \phi 20, \phi 30$ と変化させた。内側仕切り部材の連通孔の直径 [mm] は、 $\phi 10$ で一定とした。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いている。引き上げたシリコン単結晶を結晶のショルダーからテイル側へ100mmの位置で連続してスライスし、ウエーハを作った。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査した。

【0031】それぞれの場合で引き上げたとき、表面微小欠陥の個数は、表4の右欄に示すとおりである。図6は、外側仕切り部材の連通孔の直径に対する表面微小欠陥の個数を示したものである。図6に示すとおり、外側

仕切り部材の連通孔は小さすぎても大きすぎても、表面微小欠陥の個数が増えている。

【0032】

【表4】

表4 外側仕切り部材の連通孔の相当径と表面微小欠陥の個数

石英 るつぼ 直 径 [inch]	外側仕切 り部材 直 径 [inch]	内側仕切 り部材 直 径 [inch]	外側仕切り部 材の連通孔の 相当径 [mm]	内側仕切り部 材の連通孔の 相当径 [mm]	表面微小 欠陥個数 [個／ウ エーハ]
20	16	14	φ 3	φ 10	3.0
"	"	"	φ 5	"	2.1
"	"	"	φ 10	"	1.5
"	"	"	φ 20	"	2.3
"	"	"	φ 30	"	4.5
"	"	12	φ 3	"	2.4
"	"	"	φ 5	"	1.6
"	"	"	φ 10	"	0.6
"	"	"	φ 20	"	1.7
"	"	"	φ 30	"	3.6

【0033】まず、連通孔が小さすぎる場合は、連通孔での融液通過速度が大きくなる。そのため、外側仕切り部材の外側である原料供給域において、吸い込み範囲が外側仕切り部材の連通孔から離れた位置まで達することとなり、原料溶解直後の気泡を多く含んだままの融液を吸い込む結果となり、融液滞留域の気泡の量が多くなり、融液滞留域を通過するだけでは、気泡が十分に抜けることができず、結晶育成域に気泡が多数入り込み、表面微小欠陥の個数が増加するものと思われる。なお、ちなみに融液が外側仕切り部材を通過する通過速度は、通過する融液の量と連通孔の面積で決まるものであり、連通孔が複数の場合は、その合計面積で決まる。すなわち、単位時間に固化する融液量を連通孔の合計面積で割ったものとして定義される。

【0034】いま、6" の単結晶を引き上げ速度 1 mm / 分で引き上げるととき、連通孔の相当径が φ 3 mm の場合、通過速度は、4.45 cm/sec であり、同じく、φ 5 mm で 1.60 cm/sec、φ 10 mm で 0.40 cm/sec となる。気泡の上昇速度は、静止流体中を上昇する気泡の終末速度として計算すると、気

泡径が φ 5 μm の場合 0.0039 cm/sec、φ 10 μm の場合 0.0157 cm/sec である。図6の結果は、外側仕切り部材の連通孔の融液通過速度が、気泡 φ 10 μm の上昇速度の 100 倍を越えると、表面微小欠陥の個数が面内平均で 2 個以上となり、ウエーハ品質として不合格となることを示している。したがって、連通孔の面積は、気泡 φ 10 μm の上昇速度の 100 倍以下となるようにすることが、表面微小欠陥の個数を面内平均で 2 個以下にするために必要である。

【0035】つぎに、連通孔が大きすぎる場合も図6に示すとおり、表面微小欠陥の個数がふえる。このことは、外側仕切り部材の連通孔の通過速度が小さくなり、外側仕切り部材の融液滞留域の融液が、逆に、原料供給域に流れ出して、外側仕切り部材の連通孔で融液の出入りがあり、押し出し流れが成立しなくなっているのである。外側仕切り部材内側の融液滞留域の融液は、るつぼの回転とともに、静止系に対し回転運動している。このときの回転速度は、石英るつぼの回転速度 n_c [rpm]、外側仕切り部材の半径 r によって決まり、16" の外側仕切り部材が $n_c = 10$ [rpm] で回転す

るとき回転速度は、

$$2\pi * (16''/2) * (10/60) = 21.3 [\text{cm/sec}]$$

となる。融液の連通孔通過速度は、引き上げ速度1 mm/分の場合、

$\phi 10 \text{ mm}$ で、 4.45 cm/sec

$\phi 20 \text{ mm}$ で、 0.40 cm/sec

$\phi 30 \text{ mm}$ で、 0.045 cm/sec

となる。

【0036】図6の結果は、外側仕切り部材の連通孔の融液通過速度が、静止系から見た外側仕切り部材内側のところの融液回転速度の $1/100$ 以下になったとき、面内平均で2個以上となり、不合格となることを示している。したがって、外側仕切り部材の連通孔の合計面積は、融液通過速度が融液回転速度の $1/100$ 以上となるような面積以下であることが必要である。以上より、連通孔の大きさで決まる融液通過速度が、気泡 $\phi 10 \mu \text{m}$ の上昇速度の100倍以上で、外側仕切り部材の回転速度の $1/100$ 以下となるように連通孔の大きさを決めることが必要である。

表5 内側仕切り部材の連通孔の相当径と表面微小欠陥個数

石英 るつぼ の直徑 [inch]	外側仕切 り部材の 直 徑 [inch]	内側仕切 り部材の 直 径 [inch]	外側仕切り部 材の連通孔 相当直徑 [mm]	内側仕切り部 材の連通孔 相当直徑 [mm]	表面微小 欠陥個數 [個/ウ エーハ]
20	16	14	$\phi 10$	$\phi 3$	2.6
"	"	"	"	$\phi 5$	1.9
"	"	"	"	$\phi 10$	1.5
"	"	"	"	$\phi 20$	2.5
"	"	"	"	$\phi 30$	5.0
"	"	12	"	$\phi 3$	2.2
"	"	"	"	$\phi 5$	1.6
"	"	"	"	$\phi 10$	0.6
"	"	"	"	$\phi 20$	2.0
"	"	"	"	$\phi 30$	4.2

【0040】連通孔の表面からの深さ30mm、シリコン単結晶の直徑6"（一定）
ます、内側仕切り部材の連通孔が小さすぎ
る場合は、内側仕切り部材の連通孔の通過速度が大きく
なり、内側仕切り部材の外側、すなわち、融液滞留域で
の吸い込み範囲が内側仕切り部材の連通孔から離れた位

【0037】（実施例5）前実施例4に対し、内側仕切り部材の連通孔による影響を実験した。内側仕切りの連通孔の直徑 [mm] を $\phi 3$, $\phi 5$, $\phi 10$, $\phi 20$, $\phi 30$ と変化させた。外側仕切りの連通孔の直徑 [mm] は、 $\phi 10$ で一定とした。なほ、石英るつぼと外側仕切り部材・内側仕切り部材の寸法は、表5のとおりである。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いている。引き上げたインゴットは、結晶のショルダーからテイル側へ 100mm の位置で連続してスライスし、ウエーハを作った。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査した。

【0038】それぞれの条件で引き上げたとき、表面微小欠陥の個数は、表5の右欄に示すとおりである。図7は、内側仕切り部材の連通孔の直徑に対する表面微小欠陥の個数を示したものである。図7に示すとおり、内側仕切り部材の連通孔は小さすぎても大きすぎても、表面微小欠陥の個数が増えていることがわかる。

【0039】

【表5】

置まで達し、融液滞留域で、融液から気泡が抜けている途中の融液、つまり、内側仕切り部材の連通孔近くの融液に比べて、気泡を多く含んだ融液を結晶育成域に取り込むこととなる。その結果、凝固界面に気泡が入ったまま結晶が引き上げられ、表面微小欠陥の個数が、増加するものと考えられる。

【0041】融液の内側仕切り部材の連通孔通過速度は、単位時間に固化する融液量を連通孔の合計面積で割ったものである。ここでは、内側仕切り部材の連通孔の合計面積をそれに等しい面積をもつ円形の孔に置き換え、その直径をもって、連通孔の大きさを表す相当直径とした。6"の単結晶を引き上げ速度1mm/分で引き上げるとき、連通孔の相当直径がφ3mmの場合、通過速度は、4.45cm/secであり、同じく、φ5mmで1.60cm/sec、φ10mmで0.40cm/secである。気泡の上昇速度は、静止流体中を上昇する気泡の終末速度として計算すると、気泡径がφ5μmの場合0.0039cm/sec、φ10μmの場合0.0157cm/secである。

【0042】図7の結果は、内側仕切り部材の連通孔の融液通過速度が、気泡φ10μmの上昇速度の100倍を越えると、表面微小欠陥の個数が面内平均で2個以上となり、ウエーハ品質として不合格となることを示している。したがって、連通孔の面積は、気泡φ10μmの上昇速度の100倍以下となるようにすることが、表面微小欠陥の個数を面内平均で2個以下にするために必要である。

【0043】つぎに、連通孔が大きすぎる場合は、図7に示すとおり、表面微小欠陥の個数がふえる。このことは、連通孔の直径が大きくなると、連通孔の通過速度が小さくなり、内側仕切り部材の連通部で、融液滞留域の融液に、逆に、結晶育成域から部分的または間欠的流れ出し、連通孔で融液が出入りすることとなる。これは押し出し流れが成立しなくなったことを意味する。つまり、結晶育成域から融液滞留域へ逆流が生じた場合、結晶の固化量を確保するために融液滞留域から結晶育成域への実質の融液量が増加することとなり、その結果、連通孔近くに存在する融液滞留域を経過する間に気泡が十分に抜けた融液に比べて、連通孔から離れた位置の融液滞留域より多くの気泡を含んだ融液が連通孔を通過することになる。この気泡を多く含んだ融液が、結晶育成域に取り込まれることとなり、凝固界面にまで達して結晶が引き上げられ、表面微小欠陥の個数が増加することになると考えられる。

【0044】内側仕切り部材の内側の結晶育成域の融液は、石英るつぼの回転および結晶の回転の影響を受け、静止系に対し回転運動している。このときの回転速度は、石英るつぼの回転速度n_s [rpm]、結晶の回転n_c [rpm]、および、内側仕切り部材の半径r₁によって決まる。14"の内側仕切り部材がn_s=10

rpmで回転し、6"の結晶が、n_s=20 [rpm]で回転しているとき、内側仕切り部材の内側近くの融液の回転速度の最大は、
$$2\pi * (16" / 2) * (10 / 60) + 2\pi * (6" / 2) * (20 / 60) = 37.24 \text{ [cm/sec]}$$

となる。融液の連通孔通過速度は、引き上げ速度1mm/分の場合、
φ10mmで、4.45cm/sec
φ20mmで、0.40cm/sec
φ30mmで、0.045cm/secとなる。

【0045】図7の結果は、内側仕切り部材の連通孔の融液通過速度が、内側仕切り部材の内側融液の最大回転速度に対し、1/200以下になったとき、表面微小欠陥が面内平均で2個以上となり、不合格となることを示している。したがって、内側仕切り部材の連通孔の合計面積は、内側仕切り部材の内側融液の最大回転速度の1/200以上となるような面積以下に抑えることが必要である。以上を合わせると、内側仕切り部材の連通孔の大きさは、引き上げ速度と連通孔の大きさで決まる融液通過速度が、気泡φ10μmの上昇速度の100倍以上であり、且つ内側仕切り部材の内側の融液回転速度の1/200以下となるように決めることが必要である。

【0046】(実施例6) 融液中の気泡の排出に関係があると推定される連通孔の融液表面からの位置(深さ)に関し実験をした。連通孔中心の表面からの深さを、内仕切りでは、50mm、20mm、0mmと変化させた。深さ0mmとは、せきを形成していることを意味する。石英るつぼと外側仕切り部材・内側仕切り部材の寸法は、表6の通りである。粒状ポリシリコンは、性状の同じものを用いた。引き上げたシリコン単結晶を、結晶のショルダーからテイル側へ100mmの位置から連続してスライスしウエーハを作った。そして、少なくとも5枚のウエーハを表面検査し、表面微小欠陥の個数を調べた。

【0047】それぞれの条件における表面微小欠陥の個数は、表6の右欄に示す通りである。図8は、内側仕切り部材の連通孔の融液表面からの深さに対する表面微小欠陥の個数の関係を示したものである。融液表面からの深さが浅いほど、つまり、連通部の位置が融液の表面に近いほど、表面微小欠陥の個数が少なくなる傾向がある。このことは、外側仕切り部材の連通孔から入った融液が、融液滞留域を通過して、内側仕切り部材の連通孔(せき)に達する間に、気泡の自由表面からの抜けを促進していることを示している。したがって、内側仕切り部材の連通孔を仕切り部材上部にせきの形で形成することが、表面微小欠陥の低減に対して効果がある。

【0048】

【表6】

表6 連通孔の深さと表面微小欠陥個数

石英 るつぼ の直径 [inch]	外側仕切 り部材の 直 径 [inch]	内側仕切 り部材の 直 径 [inch]	外側仕切り部 材の連通孔 深 さ [mm]	内側仕切り部 材の連通孔 深 さ [mm]	表面微小 欠陥個数 [個／ウ エーハ]
20	16	14	50	50	1.5
"	"	14	50	20	1.3
"	"	14	50	0	0.8
"	"	12	50	50	0.6
"	"	12	50	20	0.5
"	"	12	50	0	0.2

連通孔の大きさ $\phi 10\text{mm}$ 、連通孔の個数 各1ヶ、連通孔の見込み角度180°。

【0049】前述のとくシリコン単結晶の高径比（従来何人も考慮して居なかつた融液中の $1\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ 程度の微小気泡によるシリコンウエーハにおける表面微小欠陥に対し、具体的な実施例1～6により外側仕切り部材、内側仕切り部材、各連通孔の条件を特定しこれにより、前記欠陥を除去して高集積度のIC用のシリコン単結晶の製造を可能とした。尚、これらの諸条件は単独での効果は勿論のこと特定条件の組合せにより、より効果的な結果を期待し得ることが出来る。

【0050】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、高集積度のIC用ウエーハとしてのシリコン単結晶に、従来気付かれていなかった表面微小欠陥を防止することが出来、極めて高い品質のウエーハを供給することが可能となつた。尚、前述の内容としてシリコン単結晶を対象として述べて来たが、同様の方式による他材料の単結晶又は、シリコン多結晶の製造にも応用できるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示す説明図である。

【図2】本発明の実施例1における融液滞留時間と表面微小欠陥個数との関係を示すグラフである。

【図3】(a)：本発明の実施例2における外側仕切り部材及び内側仕切り部材に配設された連通孔の見込角度が180°である場合の説明図である。

(b)：同連通孔の見込角度が120°である場合の説

明図である。

(c)：同連通孔の見込角度が90°である場合の説明図である。

(d)：同連通孔の見込角度が45°である場合の説明図である。

【図4】本発明の実施例2における連通孔の見込角度と表面微小欠陥個数の関係を示すグラフである。

【図5】本発明の実施例3における $(r_o - r_1)$ 及び $(r_o - r_2)$ と表面微小欠陥個数との関係を示すグラフである。

【図6】本発明の実施例4における外側仕切り部材の連通孔の大きさと表面微小欠陥個数との関係を示すグラフである。

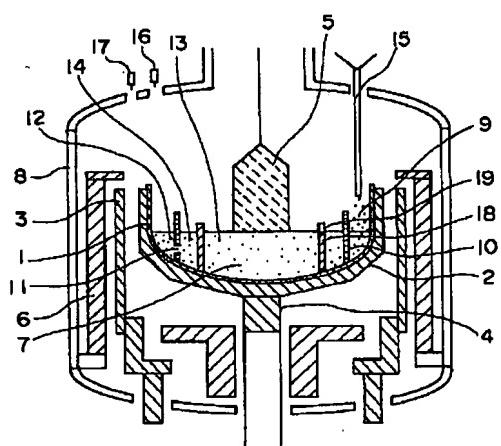
【図7】本発明の実施例5における内側仕切り部材の連通孔の大きさと表面微小欠陥個数との関係を示すグラフである。

【図8】本発明の実施例6における内側仕切り部材の連通孔の融液表面からの深さと表面微小欠陥個数との関係を示すグラフである。

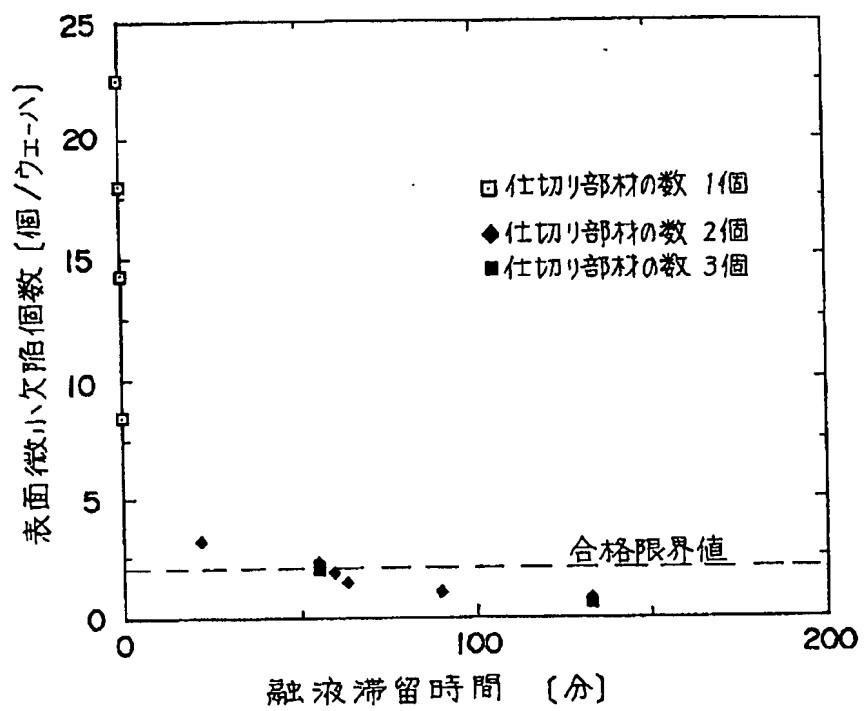
【図9】(a)：シリコンウエーハAの表面欠陥の外観を示す走査電子顕微鏡写真(倍率×10,000)である。

(b)：シリコンウエーハBの表面欠陥の外観を示す走査電子顕微鏡写真(倍率×7,000)である。

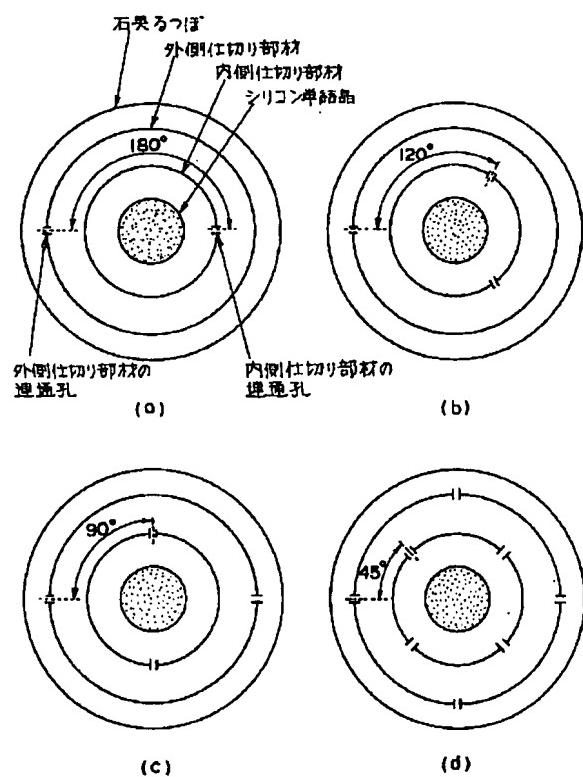
【図1】



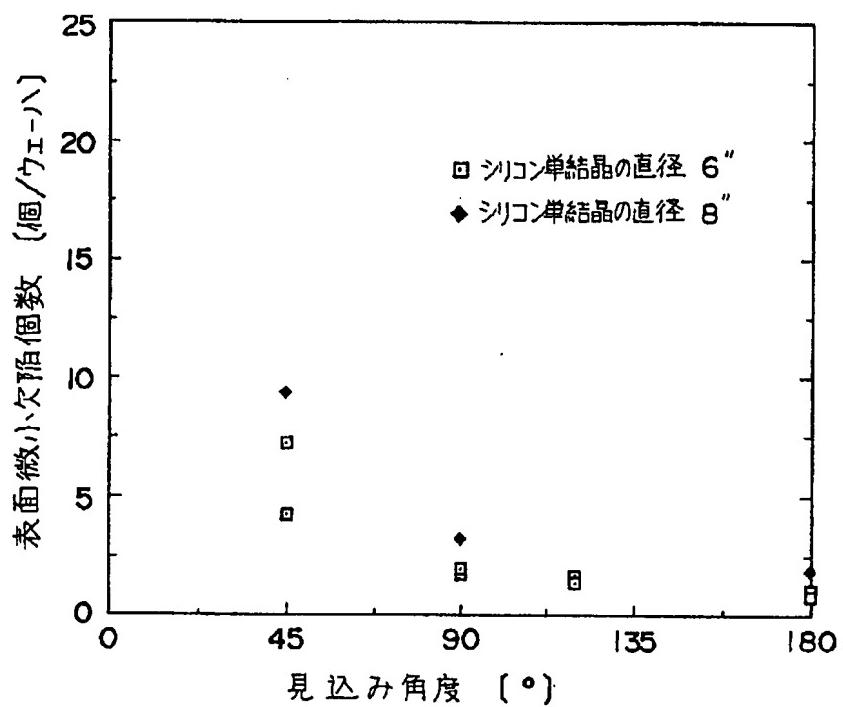
【図2】



【図3】



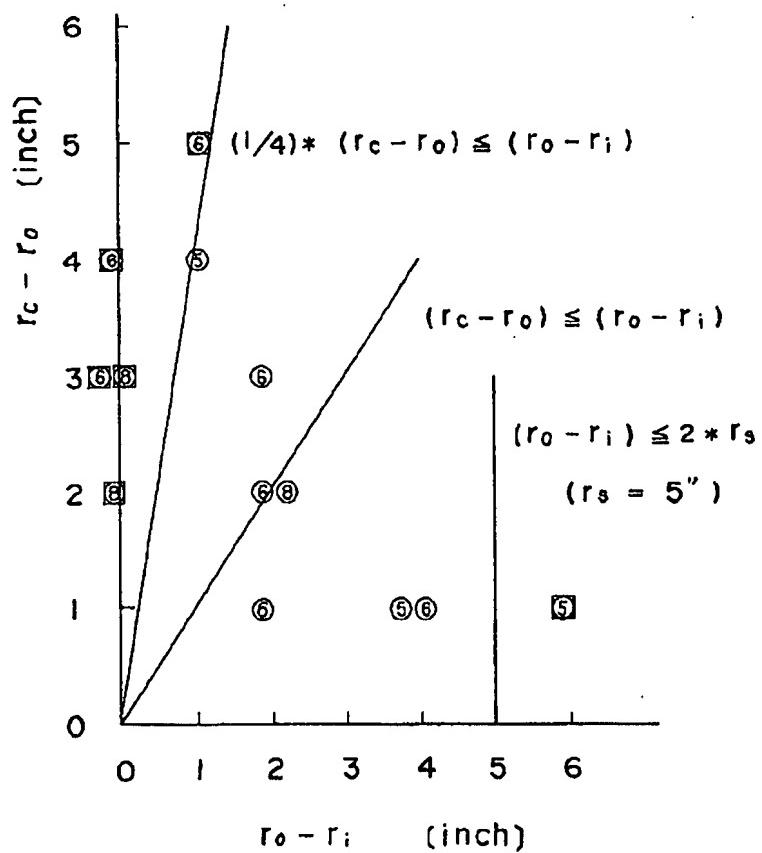
【図4】



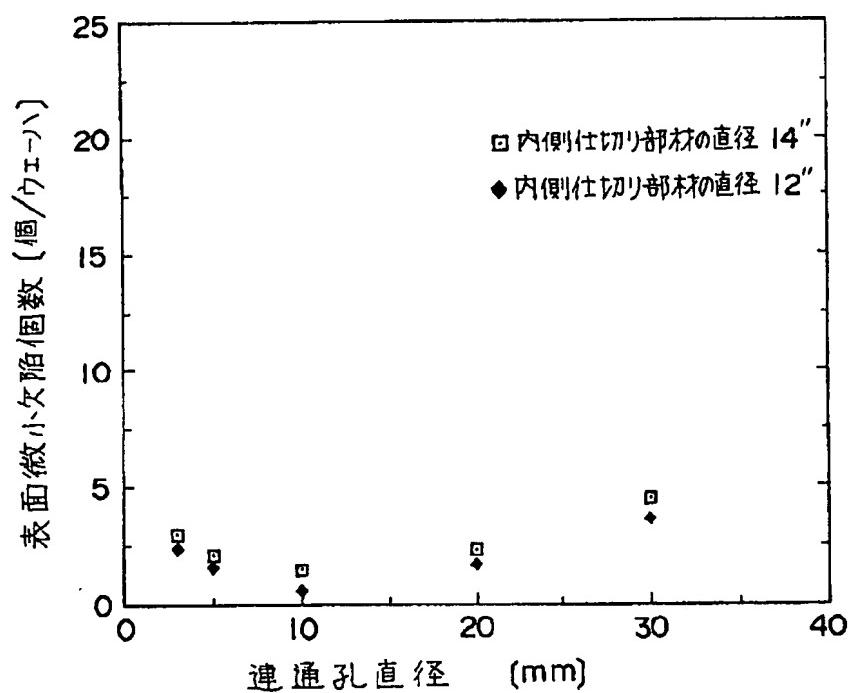
【図5】

表面微小欠陥の面内平均個数からの合否

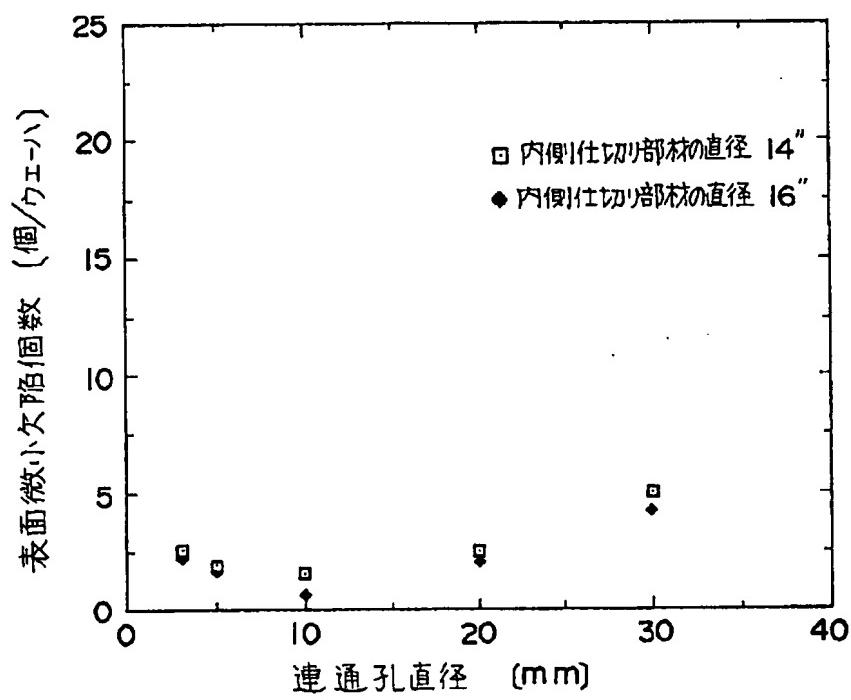
単結晶直径	5"	6"	8"
合 格	⑤, ⑥, ⑦		
不 合 格	⑥, ⑦, ⑧		



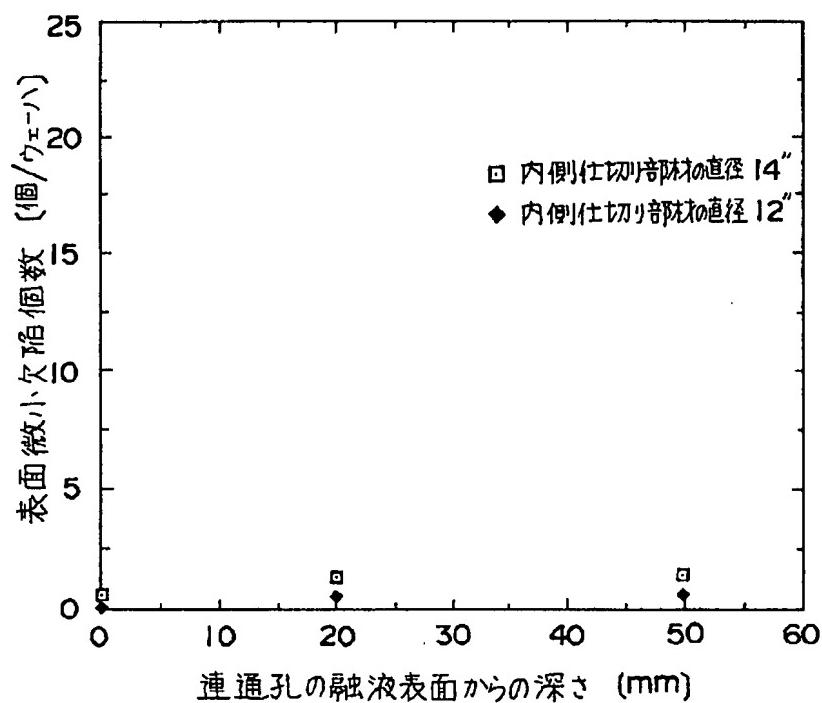
【図6】



【図7】



【図8】



【図9】

